

Министерство здравоохранения и социального развития РФ
ГОУ ВПО Уральская государственная медицинская академия
Кафедра фармации

**МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ К ИТОГОВОМУ ЗАНЯТИЮ
ПО ПРАКТИЧЕСКИМ УМЕНИЯМ И НАВЫКАМ
ПО ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

Учебно-методическое пособие

Екатеринбург
2010

УДК 615.011:615.074

Методические рекомендации к итоговому занятию по практическим умениям и навыкам по фармацевтической химии. Учебно-методическое пособие. – Екатеринбург: УГМА, 2010. – 48 с.

ISBN 978-5-89895-444-4

Учебно-методическое пособие предназначено для подготовки к практическим навыкам и умениям по фармацевтической химии студентов 3 курса очного и 4 курса заочного отделения фармацевтического факультета.

Составители: профессор Петров А.Ю., профессор Уломский Е.Н.,
ст.преподаватель Бойко В.И., доцент Зырянов В.А.,
ассистент Кинев М.Ю.

Ответственный редактор профессор Петров А.Ю.

Рецензенты: доктор химических наук профессор Тхай В.Д.
доктор химических наук профессор Мокрушин В.С.

ISBN 978-5-89895-444-4

©УГМА, 2010.

Содержание

Введение	4
1. Цель занятия	6
2. Целевые задачи	6
3. Задание для самоподготовки	6
4. Билеты для самоподготовки по практическим навыкам и умениям по фармацевтической химии	7
Приложение 1	12
Приложение 2	26
Приложение 3	31
Список литературы	47

ВВЕДЕНИЕ

Одним из этапов подготовки провизора является выработка профессиональных умений. В ходе изучения фармацевтической химии студенты 3 курса очного и 4 курса заочного отделения фармацевтического факультета должны иметь следующие навыки:

- пользоваться нормативной документацией, регламентирующей качество ЛС: Государственной фармакопеей (ГФ), Временными фармакопейными статьями (ВФС), Фармакопейными статьями (ФС), Фармакопейными статьями предприятия (ФСП);

- выполнять общие реакции на подлинность лекарственных средств в соответствии с ГФ XI;
- выполнять реакции идентификации лекарственных веществ по функциональным группам, в соответствии с методическими указаниями студентов;
- определять растворимость лекарственных веществ;
- выполнять испытание на кислотность или щёлочность;
- определять величину pH растворов;
- выполнять испытание на прозрачность и степень мутности;
- определять цветность растворов;
- выполнять испытание на чистоту и допустимые пределы примесей, знать методику определения допустимых и недопустимых примесей;
- устанавливать плотность веществ;
- определять температуру плавления;
- определять потерю в массе при высушивании;
- определять содержание золы (различные виды);
- готовить титрованные растворы и устанавливать их поправочные коэффициенты;
- готовить реактивы и индикаторы.

Студенты должны уметь выполнять количественное определение лекарственных веществ, используя химические методы анализа:

- нейтрализации (ацидиметрия и алкалиметрия) в водной среде;
- аргентометрии (методы Мора, Фаянса, Фольгарда);

- комплексонометрии;
- броматометрии (прямой и обратный варианты);
- иодиметрии (прямой и обратный варианты);
- иодатометрии;
- нитритометрии.

После изучения фармацевтической химии студенты 3 курса очного и 4 курса заочного отделения фармацевтического факультета должны иметь следующие навыки:

- пользоваться рефрактометром и определять величину показателя преломления;
- пользоваться фотоколориметром - определять оптическую плотность.

В ходе изучения фармацевтической химии студент должен уметь проводить следующие расчёты:

- определять фактор эквивалентности реакции количественного определения;
- вычислять молярную массу эквивалента;
- вычислять титр по определяемому веществу;
- вычислять величину навески на заданный объём титранта и теоретический объём титранта для взятой навески;
- вычислять содержание лекарственного вещества в субстанции (%), в растворе (%), в таблетке (г), в 1 мл раствора (г).

Студенты должны уметь вычислять концентрации растворов и содержание препаратов в растворах с использованием методов рефрактометрии (по рефрактометрическому фактору) и фотоколориметрии (по стандартному образцу).

1. Цель занятия

Проведение контроля практических умений у студентов при изучении фармацевтической химии на 3 курсе очного и 4 курсе заочного отделения фармацевтического факультета.

2. Целевые задачи

Контроль практических умений, формирование способности самостоятельно выполнять практические задания по всему изученному материалу.

3. Задание для самоподготовки

Для подготовки к данному занятию студенту необходимо повторение материала по следующим темам:

- общие реакции на подлинность лекарственных веществ в соответствии с Г XI;
- реакции на подлинность лекарственных веществ по функциональным группам, в соответствии с методическими указаниями для студентов;
- растворимость лекарственных веществ;
- испытание на кислотность или щёлочность;
- pH растворов;
- прозрачность и степень мутности, знать определения исходных, основных и рабочих эталонных растворов, их состав, способ приготовления;
- цветность растворов, знать определения исходных, основных и эталонных растворов, их состав и способ приготовления;
- испытание на чистоту и допустимые пределы примесей, знать определения эталонных растворов, время необходимое для наблюдения аналитического эффекта;
- плотность;
- температура плавления;
- потеря в массе при высушивании.

Кроме того, необходимо повторить все изученные методы количественного определения.

Знать условия применения и изменения окраски при использовании индикаторов: метиловый оранжевый, метиловый красный, фенолфталеин, хромовый тёмно-синий, эриохром чёрный, тропеолин 00, метиленовый синий, калия хромат, натрия эозинат, квасцы железоаммониевые, крахмал.

4. Билеты для самоподготовки по практическим навыкам и умениям по фармацевтической химии

Билет № 1

1. Провести качественные реакции на лекарственный препарат “Раствор водорода пероксид 3%” с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 1, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ лекарственного вещества натрия тиосульфат (субстанция) по показателю “Хлориды”, согласно методике № 1, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного препарата “Раствор глюкозы 5%, 10%, 25% или 40%” по показателю “Количественное определение” рефрактометрическим методом, согласно методике № 1, приведенной в приложении № 3.

Билет № 2

1. Провести качественные реакции на лекарственное вещество натрия тиосульфат (субстанция) с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 2, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ лекарственного вещества натрия тиосульфат (субстанция) по показателю “Прозрачность раствора”, согласно методике № 2, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного вещества кислота аскорбиновая (субстанция) по показателю “Количественное определение”, согласно методике № 2, приведенной в приложении № 3.

Билет № 3

1. Провести качественные реакции на лекарственное вещество кислота аскорбиновая (субстанция) с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 3, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ лекарственного вещества натрия тиосульфат (суб-

станция) по показателю “Щелочность”, согласно методике № 3, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного вещества магния сульфат (субстанция) по показателю “Количественное определение”, согласно методике № 3, приведенной в приложении № 3.

Билет № 4

1. Провести качественные реакции на лекарственное вещество фенол (субстанция) с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 4, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ лекарственного вещества натрия тиосульфат (субстанция) по показателю “Сульфиты, сульфаты”, согласно методике № 4, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного вещества натрия хлорид (субстанция) по показателю “Количественное определение”, согласно методике № 4, приведенной в приложении № 3.

Билет № 5

1. Провести качественные реакции на лекарственное вещество резорцин (субстанция) с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 5, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ лекарственного вещества натрия тиосульфат (субстанция) по показателю “Сульфиды”, согласно методике № 5, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного вещества калия иодид (субстанция) по показателю “Количественное определение”, согласно методике № 5, приведенной в приложении № 3.

Билет № 6

1. Провести качественные реакции на лекарственное вещество тимол (субстанция) с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 6, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ воды очищенной по показателю “Восстанавливающие вещества”, согласно методике № 6, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного вещества натрия тетраборат (субстанция) по показателю “Количественное определение”, согласно методике № 6, приведенной в приложении № 3.

Билет № 7

1. Провести качественные реакции на лекарственный препарат “Раствор натрия хлорида изотонический 0,9% 200 мл” с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 7, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ воды очищенной по показателю “Диоксид углерода”, согласно методике № 7, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного вещества кислота борная (субстанция) по показателю “Количественное определение”, согласно методике № 7, приведенной в приложении № 3.

Билет № 8

1. Приготовить 1 литр 0,1 моль/л раствора натрия гидроксида (натра едкого) и привести его к заданной концентрации, согласно методике № 8, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ воды очищенной по показателю “Нитраты и нитриты”, согласно методике № 8, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного вещества кислота ацетилсалициловая (субстанция) по показателю “Количественное определение” методом алкалиметрии, согласно методике № 8, приведенной в приложении № 3.

Билет № 9

1. Провести качественные реакции на лекарственное вещество калия иодид (субстанция) с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 9, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ воды очищенной по показателю “Аммиак”, согласно методике № 9, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного препарата “Раствор натрия хлорида изотонический 0,9% 200 мл” по показателю “Количественное определение” методом аргентометрии, согласно методике № 9, приведенной в приложении № 3.

Билет № 10

1. Провести качественные реакции на лекарственное вещество натрия хлорид (субстанция) с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 10, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ воды очищенной по показателю “Хлориды”, согласно методике № 10, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного препарата “Раствор глюкозы 5%, 10%, 25% или 40%” по показателю “Количественное определение” рефрактометрическим методом, согласно методике № 10, приведенной в приложении № 3.

Билет № 11

1. Провести качественные реакции на лекарственное вещество магния сульфат (субстанция) с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 11, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ воды очищенной по показателю “Сульфаты”, согласно методике № 11, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного вещества кислота аскорбиновая (субстанция) по показателю “Количественное определение”, согласно методике № 11, приведенной в приложении № 3.

Билет № 12

1. Провести качественные реакции на лекарственное вещество кальция хлорид (субстанция) с целью подтверждения показателя “Подлинность”, согласно методике № 12, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ воды очищенной по показателю “Кальций”, согласно методике № 12, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного вещества резорцин (субстанция) по показателю “Количественное определение”, согласно методике № 12, приведенной в приложении № 3.

Билет № 13

1. Провести анализ лекарственного препарата “Раствор натрия хлорида 0,9%” по показателю “рН”, согласно методике № 13, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ воды очищенной по показателю “Тяжелые металлы”, согласно методике № 13, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного вещества натрия тиосульфат (субстанция) по показателю “Количественное определение”, согласно методике № 13, приведенной в приложении № 3.

Билет № 14

1. Провести анализ спирта этилового 95% по показателю “Плотность” с помощью пикнометра, согласно методике № 14, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ лекарственного вещества кислота ацетилсалициловая (субстанция) по показателю “Кислота салициловая свободная”, согласно методике № 14, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного препарата “Раствор водорода пероксид 3%” по показателю “Количественное содержание натрия бензоата”, согласно методике № 14, приведенной в приложении № 3.

Билет № 15

1. Приготовить 200 мл эталонного раствора хлорид – иона, согласно методике № 15, приведенной в приложении № 1.

2. Провести анализ лекарственного вещества кислота ацетилсалициловая (субстанция) по показателю “Хлориды”, согласно методике № 15, приведенной в приложении № 2.

3. Провести анализ лекарственного препарата “Раствор водорода пероксид 3%” по показателю “Количественное содержание пероксида водорода”, согласно методике № 15, приведенной в приложении № 3.

Приложение 1

1. К 1 мл препарата прибавляют 0,2 мл кислоты серной разведенной, 2 мл эфира, 0,2 мл раствора калия дихромата и взбалтывают. Эфирный слой окрашивается в синий цвет.

2. - Ион натрия.

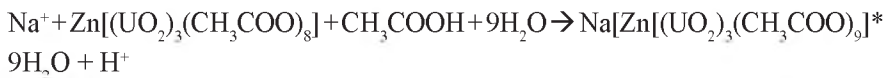
→ Согласно ГФ XI (вып. 1, с. 162) для обнаружения иона натрия следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащей 0,01–0,03 г иона натрия. Необходимо рассчитать, какое количество натрия тиосульфата (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = \text{М.м. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 0,01 / \text{А.м. Na}^+$$

$$X_{\max} = \text{М.м. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 0,01 / \text{А.м. Na}^+$$

Приготовление раствора: _____ г (ручные весочки) натрия тиосульфата растворяют в _____ мл воды.

К 1 мл полученного раствора, подкисленному кислотой уксусной, прибавляют 0,5 мл раствора цинк-уранил-ацетата. Образуется желтый кристаллический осадок:



Результат наблюдения.

Вывод.

→ Соль натрия, смоченная кислотой хлористоводородной, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в желтый цвет.

Результат наблюдения.

Вывод.

- Тиосульфат-ион.

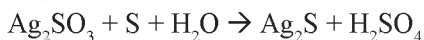
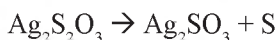
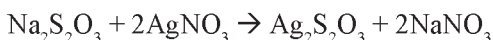
→ К раствору 0,1 г натрия тиосульфата в 2 мл воды прибавляют 0,1 мл кислоты хлористоводородной. Через некоторое время раствор мутнеет вследствие выделения серы (отличие от солей сернистой кислоты) с одновременным образованием диоксида серы, обнаруживаемого по запаху:



Результат наблюдения.

Вывод.

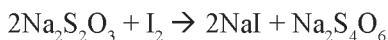
→ 0,1 г натрия тиосульфата растворяют в 2 мл воды, прибавляют 4 мл 0,1М раствора серебра нитрата, образуется белый осадок, быстро переходящий в желтый, бурый и наконец в черный:



Результат наблюдения.

Вывод.

→ 0,1 г натрия тиосульфата растворяют в 2 мл воды, прибавляют 4 мл 0,1 М раствора йода, реактив обесцвечивается:



Результат наблюдения.

Вывод.

3. 0,1 г аскорбиновой кислоты растворить в 10 мл воды.

→ К 1 мл приготовленного раствора препарата добавляют 1–2 капли раствора нитрата серебра. Выпадает темный осадок металлического серебра.

→ К 1 мл раствора препарата добавляют по каплям (1–5 кап.) раствора 2,6-дихлорфенолиндофенола. Раствор обесцвечивается за счет образования лейкооснования.

→ К 1 мл раствора препарата прибавляют 1–2 капли раствора хлорида железа (III). Затем к полученному раствору добавляют 1 каплю раствора феррицианида калия, появляется синее окрашивание (образование турнбулевой сини).

→ Реакция с йодом.

К 0,5 мл раствора аскорбиновой кислоты добавить 1–2 капли 0,1 М раствора йода. Наблюдается обесцвечивание раствора.

→ Реакция с сульфатом меди и роданидом аммония.

К 1 мл раствора аскорбиновой кислоты прибавляют 2–3 капли раствора сульфата меди (II) и 2–3 капли 1% раствора роданида аммония. Выделяется осадок роданида меди (I) белого цвета.

→ Реакция с сульфатом железа (II).

К 1 мл раствора аскорбиновой кислоты прибавляют 0,1 г натрия гидрокарбоната и около 0,02 г сульфата железа (II), встряхивают и оставляют стоять 3–5 минут. Появляется темно-фиолетовое окрашивание (образование аскорбината железа), исчезающее от добавления 5 мл разведенной серной кислоты.

4. → к 5 мл 1% раствора фенола прибавляют 2–3 капли раствора хлорида железа (III). Раствор окрашивается в фиолетовый цвет.

→ к 5 мл 1% раствора вещества прибавляют 2 мл раствора аммиака и 1 мл диазореактива. Образуется красное окрашивание.

→ К 5 мл 1% раствора вещества прибавляют 1 мл хлорамина, прибавляют 0,5 мл аммиака. Смесь нагревают на кипящей водяной бане. Наблюдается окрашивание.

→ К 1 мл раствора вещества прибавляют 1 мл по каплям бромную воду. Образуется белый осадок. При добавлении 1–2 мл разведенной азотной кислоты постепенно появляется желтое окрашивание.

→ К нескольким каплям 1% раствора вещества прибавляют 2–3 капли реактива Марки. При стоянии наблюдается красное окрашивание.

5. → к 5 мл 1% раствора резорцина прибавляют 2–3 капли раствора хлорида железа (III), появляется сине-фиолетовое окрашивание, переходящее от прибавления раствора аммиака в буровато-желтое.

→ к 5 мл 1% раствора вещества прибавляют 2 мл раствора аммиака и 1 мл диазореактива. Образуется красное окрашивание.

→ К 5 мл 1% раствора вещества прибавляют 1 мл хлорамина, прибавляют 0,5 мл аммиака. Смесь нагревают на кипящей водяной бане. Наблюдается окрашивание.

→ К 1 мл раствора вещества прибавляют 1 мл по каплям бромную воду. Образуется белый осадок. При добавлении 1–2 мл разведенной азотной кислоты постепенно появляется желтое окрашивание.

→К нескольким каплям 1% раствора вещества прибавляют 2–3 капли реактива Марки. При стоянии наблюдается красное окрашивание.

→К 1 мл 1% раствора резорцина прибавляют 0,1 г фталазола. При сплавлении образуется плав желто-красного цвета

6. →к 5 мл 1% раствора тимола прибавляют 2–3 капли раствора хлорида железа (III), раствор окрашивается в светло-зеленый цвет.

→к 5 мл 1% раствора вещества прибавляют 2 мл раствора аммиака и 1 мл диазореактива. Образуется красное окрашивание.

→К 5 мл 1% раствора вещества прибавляют 1 мл хлорамина, прибавляют 0,5 мл аммиака. Смесь нагревают на кипящей водяной бане. Наблюдается окрашивание.

→К 1 мл раствора вещества прибавляют 1 мл по каплям бромную воду. Образуется белый осадок. При добавлении 1–2 мл разведенной азотной кислоты постепенно появляется желтое окрашивание.

→К нескольким каплям 1% раствора вещества прибавляют 2–3 капли реактива Марки. При стоянии наблюдается красное окрашивание.

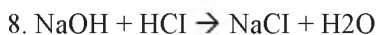
7. Ион натрия.

→графитовую палочку, смоченную раствором, вносят в бесцветное пламя; пламя окрашивается в желтый цвет.

→на предметное стекло наносят 1 каплю препарата и 1 каплю раствора кислоты пикриновой; образуются желтые кристаллы игольчатой формы.

Хлорид-ион.

→к 3–5 каплям раствора прибавляют по 3–5 капель разведенной азотной кислоты и раствора серебра нитрата; образуется белый творожистый осадок, растворимый в растворе аммиака.



$$\text{М.м.}_{\text{NaOH}} = 40,00$$

$$f_{\text{экв NaOH}} = 1$$

$$\text{М.м.}_{\text{экв. NaOH}} = \text{М.м.}_{\text{NaOH}} * f_{\text{экв NaOH}} = 40,00 * 1 = 40,00$$

$$T_{\text{NaOH } 0,1 \text{ моль/л}} = M_{\text{экв. NaOH}} * C_{\text{NaOH}} / 1000 = 40,00 * 0,1 / 1000 = 0,004000 \text{ г/мл}$$

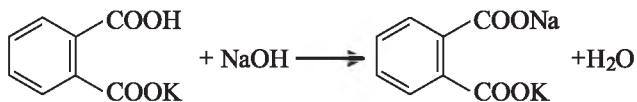
$$a_{\text{NaOH}} = T_{\text{NaOH } 0,1 \text{ моль/л}} * V_{\text{NaOH}} = 0,004000 * 1000 = 4,0 \text{ г}$$

Для приготовления раствора берут навеску несколько больше вычисленной, так как натрия гидроксид при хранении поглощает углекислоту воздуха и частично переходит в карбонат.

Методика. 4,5 г натрия гидроксида растворяют в 5 мл воды, колбу плотно закрывают пробкой и оставляют до следующего дня. Жидкость сливают с осадка в мерную колбу вместимостью 1 литр и доводят свежeproкипяченной и охлажденной водой до метки.

Согласно ГФ XI (вып.2, стр.66) для приготовления используют исходный раствор (160 г натрия гидроксида в 300 мл воды). 8 мл этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 литр и доводят объем раствора водой до метки.

К раствора натрия гидроксида по ГФ XI устанавливают по калия гидрофталату (КГФ). В основе определения лежит реакция нейтрализации:



$$M_{\text{КГФ}} = 204,23$$

$$f_{\text{экв КГФ}} = 1$$

$$M_{\text{экв. КГФ}} = M_{\text{КГФ}} * f_{\text{экв КГФ}} = 204,23 * 1 = 204,23$$

$$T_{\text{КГФ/NaOH } 0,1 \text{ моль/л}} = M_{\text{экв. КГФ}} * C_{\text{NaOH}} / 1000 = 204,23 * 0,1 / 1000 = 0,02042 \text{ г/мл}$$

Рассчитывают навеску калия гидрофталата, на титрование которой израсходовалось бы 20 мл раствора натрия гидроксида (0,1 моль/л)

$$a_{\text{КГФ}} = T_{\text{КГФ}} * V_{\text{NaOH}} = 0,02042 * 20 = 0,4084 \text{ г}$$

Таким образом, для определения К берут навеску около 0,41 г.

Методика. Около 0,41 г (точная навеска) калия гидрофталата, предварительно тонко измельченного и высушенного при 120С в течение 2 часов, растворяют в 30 мл воды и титруют приготовленным раствором

натрия гидроксида 0,1 моль/л (индикатор - фенолфталеин). Молярность вычисляют по первому способу:

$$M = \frac{a \cdot 1000}{\Xi \cdot V},$$

где: а – навеска химически чистого вещества в граммах;

Ξ – молярная масса условных частиц химически чистого вещества в граммах на моль;

V – объем раствора, пошедшего на титрование навески, в миллилитрах;

1000 – количество миллилитров в 1 л раствора.

Затем вычисляют коэффициент поправки.

9. - На ион калия.

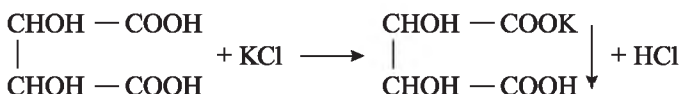
→ Согласно ГФ Х1 (вып. 1, с. 162) для обнаружения иона калия следует взять на анализ 2 мл раствора соли, содержащей 0,01-0,02 г иона калия. Необходимо рассчитать, какое количество калия иодида (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = M.м._{\text{KI}} \cdot 0,005 / A.м._{\text{K}^+}$$

$$X_{\max} = M.м._{\text{KI}} \cdot 0,01 / A.м._{\text{K}^+}$$

Приготовление раствора: _____ г (ручные весочки) калия иодида растворяют в _____ мл воды.

К 2 мл полученного раствора прибавляют 1 мл раствора кислоты винной, 1 мл раствора ацетата натрия, 0,5 мл спирта этилового 95% и встряхивают. Постепенно выпадает белый кристаллический осадок:



Осадок растворяется в разведенных минеральных кислотах и растворах едких щелочей.

Результат наблюдения.

Вывод.

→ Приготовить раствор калия иодида, содержащий 0,01-0,02 г иона калия в 2 мл (см. 2.1.1.). К полученному раствору прибавляют 0,5 мл кислоты уксусной разведенной, 0,5 мл раствора натрия кобальтинитрита. Образуется желтый кристаллический осадок:



Результат наблюдения.

Вывод.

→ Соль калия, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в фиолетовый цвет или при рассмотрении через синее стекло в пурпурно-красный.

Результат наблюдения.

Вывод.

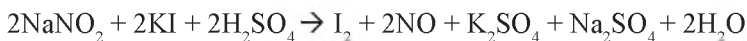
На иодид ион.

→ Согласно ГФ Х1 (вып. 1, с. 162) для обнаружения иодид иона следует взять на анализ 2 мл раствора соли, содержащий 0,003 г иодид иона. Необходимо рассчитать, какое количество калия иодида (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X = M_{\text{м. KI}} * 0,0015 / A_{\text{м. I}_2} =$$

Приготовление раствора: _____ г (ручные весочки) калия иодида растворяют в _____ мл воды.

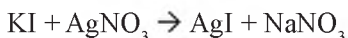
К 2 мл приготовленного раствора прибавляют 0,2 мл кислоты серной разведенной, 0,2 мл раствора натрия нитрита или раствора железа (III) хлорида и 2 мл хлороформа. При взбалтывании хлороформный слой окрашивается в фиолетовый цвет:



Результат наблюдения.

Вывод.

→ К 2 мл такого же раствора калия иодида прибавляют 0,5 мл кислоты азотной разведенной и 0,5 мл раствора серебра нитрата. Образуется желтый творожистый осадок:

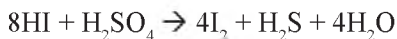


Осадок нерастворим в растворе аммиака.

Результат наблюдения.

Вывод.

→ При нагревании 0,1 г калия иодида с 1 мл кислоты серной концентрированной выделяются фиолетовые пары йода:



Результат наблюдения.

Вывод.

10. - На ион натрия.

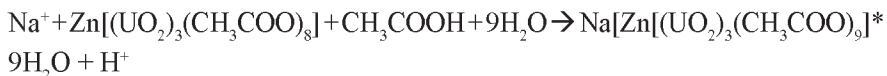
→ Согласно ГФ Х1 (вып. 1, с. 162) для обнаружения иона натрия следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащей 0,01-0,03 г иона натрия. Необходимо рассчитать, какое количество натрия хлорида (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = M.м._{\text{NaCl}} * 0,01 / A.м._{\text{Na}^+}$$

$$X_{\max} = M.м._{\text{NaCl}} * 0,03 / A.м._{\text{Na}^+}$$

Приготовление раствора: _____ г (ручные весочки) натрия хлорида растворяют в _____ мл воды.

К 1 мл полученного раствора, подкисленному кислотой уксусной, прибавляют 0,5 мл раствора цинк-уранил-ацетата. Образуется желтый кристаллический осадок:



Результат наблюдения.

Вывод.

→ Соль натрия, смоченная кислотой хлористоводородной, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в желтый цвет.

Результат наблюдения.

Вывод.

На хлорид ион.

→ Согласно ГФ Х1 (вып. 1, с. 162) для обнаружения хлорид иона следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащий 0,002–0,01 г хло-

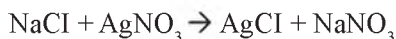
рид иона. Необходимо рассчитать, какое количество натрия хлорида (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = M.м._{\text{NaCl}} * 0,002 / A.м._{\text{Cl}^-}$$

$$X_{\max} = M.м._{\text{NaCl}} * 0,01 / A.м._{\text{Cl}^-}$$

Приготовление раствора: _____ г (ручные весочки) натрия хлорида растворяют в _____ мл воды.

К 2 мл приготовленного раствора прибавляют 0,5 мл кислоты азотной разведенной и 0,5 мл раствора серебра нитрата. Образуется белый творожистый осадок, растворимый в растворе аммиака:



Результат наблюдения.

Вывод.

11. - На ион магния.

→ Согласно ГФ XI (вып. 1, с. 162) для обнаружения иона магния следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащей 0,002–0,005 г иона магния. Необходимо рассчитать, какое количество магния сульфата (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = M.м._{\text{MgSO}_4} * 0,002 / A.м._{\text{Mg}^{2+}}$$

$$X_{\max} = M.м._{\text{MgSO}_4} * 0,005 / A.м._{\text{Mg}^{2+}}$$

Приготовление раствора: _____ г (ручные весочки) магния сульфата растворяют в _____ мл воды.

К 1 мл полученного раствора прибавляют 1 мл раствора аммония хлорида, 0,5 мл раствора натрия фосфата двузамещенного и 1 мл раствора аммиака. Образуется белый кристаллический осадок:

Осадок растворим в кислоте уксусной и разведенных минеральных кислотах.

Результат наблюдения.

Вывод.

На сульфат ион.

→ Согласно ГФ Х1 (вып. 1, с. 162) для обнаружения сульфат иона следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащий 0,0025–0,025 г сульфат иона. Необходимо рассчитать, какое количество магния сульфата (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = M.м._{\text{MgSO}_4} * 0,0025 / A.м._{\text{SO}_4^{2-}}$$

$$X_{\max} = M.м._{\text{MgSO}_4} * 0,025 / A.м._{\text{SO}_4^{2-}}$$

Приготовление раствора: _____ г (ручные весочки) магния сульфата растворяют в _____ мл воды.

К 2 мл приготовленного раствора прибавляют 0,5 мл раствора бария хлорида. Образуется белый осадок:

Осадок нерастворим в разведенных минеральных кислотах.

Результат наблюдения.

Вывод.

12. - На ион кальция.

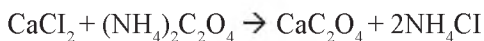
→ Согласно ГФ Х1 (вып. 1, с. 162) для обнаружения иона кальция следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащей 0,002–0,02 г иона кальция. Необходимо рассчитать, какое количество кальция хлорида (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = M.м._{\text{CaCl}_2} * 0,002 / A.м._{\text{Ca}^{2+}}$$

$$X_{\max} = M.м._{\text{CaCl}_2} * 0,02 / A.м._{\text{Ca}^{2+}}$$

Приготовление раствора: _____ г (ручные весочки) кальция хлорида растворяют в _____ мл воды.

К 1 мл полученного раствора прибавляют 1 мл раствора аммония оксалата. Образуется белый осадок:



Осадок нерастворим в кислоте уксусной разведенной и растворе аммиака, но растворим в разведенных минеральных кислотах.

Результат наблюдения.

Вывод.

→ Соль кальция, смоченная кислотой хлористоводородной и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в кирпично-красный цвет.

На хлорид-ион.

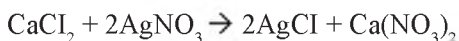
→ Согласно ГФ XI (вып. 1, с. 162) для обнаружения хлорид иона следует взять на анализ 1 мл раствора соли, содержащий 0,001–0,005 г хлорид иона. Необходимо рассчитать, какое количество кальция хлорида (X) в граммах следует взять для изготовления данной пробы:

$$X_{\min} = M.м._{CaCl_2} * 0,001 / A.м._{Cl^-}$$

$$X_{\max} = M.м._{CaCl_2} * 0,005 / A.м._{Cl^-}$$

Приготовление раствора: _____ г (ручные весочки) кальция хлорида растворяют в _____ мл воды.

К 2 мл приготовленного раствора прибавляют 0,5 мл кислоты азотной разведенной и 0,5 мл раствора аммиака. Образуется белый творожистый осадок, растворимый в растворе аммиака.



Результат наблюдения.

Вывод.

13. рН лекарственного препарата “Раствор натрия хлорида 0,9%” должен быть 5,0–7,0 (потенциометрически)

Методика: Прежде чем приступить к измерению рН растворов, необходимо ознакомиться с правилами работы на имеющемся приборе. Прибор включают за 15–20 минут до начала измерений для обеспечения стабильной его работы. Затем проверяют правильность положения всех переключателей. Устанавливают нужную температуру опыта и проводят корректировку потенциометра по буферному раствору с определенным значением рН. Желательно, чтобы значение его рН было близко к тому, которое следует установить.

Для выполнения испытания в химический стакан наливают 30–50 мл испытуемого раствора, погружают в него электроды и производят отсчет рН. При пользовании микроэлектродами необходимый объем раствора

уменьшают до 1 мл. Измерения повторяют 3-5 раз и рассчитывают среднее значение из всех показаний.

Полученные результаты сравнивают с нормой, указанной выше.

Результаты определения pH растворов потенциометрическим методом заносят в таблицу.

Лекарственное вещество (русское и латинское название, структурная формула)	Марка прибора, используемые электроды, точность измерения, погрешность	Буферные растворы, используемые для настройки прибора	Результаты измерений pH				Заключение о соответствии НД
			1	2	3	среднее	

Вывод.

14. Плотность спирта этилового 95% должна быть от 0,812 до 0,818

Методика: Чистый сухой пикнометр взвешивают с точностью до 0,0002 г, заполняют с помощью воронки водой очищенной немного выше метки, закрывают пробкой и выдерживают в течение 20 минут в термостате, в котором поддерживают постоянную температуру воды 20°C с точностью до 0,1°C. При этой температуре уровень воды в пикнометре доводят водой до метки, быстро отбирая излишек воды при помощи пипетки или свернутой в трубку фильтровальной бумаги. Пикнометр снова закрывают пробкой и выдерживают в термостате еще 10 минут, проверяя положение мениска по отношению к метке. Затем пикнометр вынимают из термостата, фильтровальной бумагой вытирают внутреннюю поверхность горлышка пикнометра, а также весь пикнометр снаружи, оставляют под стеклом аналитических весов в течение 10 минут и взвешивают.

Пикнометр освобождают от воды, высушивают, споласкивая последовательно спиртом и эфиром (сушить пикнометр путем нагревания не допускается), удаляют остатки эфира продуванием воздуха, заполняют пикнометр испытуемой жидкостью и затем производят те же операции, что и с водой очищенной.

Плотность ρ_{20} (г/см³) вычисляют по формуле:

$$\rho_{20} = ((m_2 - m) \cdot 0.99703 / (m_1 - m)) + 0.0012$$

где:

m – масса пустого пикнометра в граммах;

m_1 – масса пикнометра с водой очищенной в граммах;

m_2 – масса пикнометра с испытуемой жидкостью в граммах;

0.99703 – значение плотности воды очищенной при 20С (в г/см³ с учетом плотности воздуха);

0,0012 – плотность воздуха при 20С и при барометрическом давлении 1011 гПа (760 мм.рт.ст)

Результаты, полученные при определении плотности оформляют в виде таблицы.

Результаты определения плотности лекарственного вещества.

Лекарственное вещество (русское и латинское название)	m , г	m_1 , г	m_2 , г	ρ , г/см ³	Требование НД	Заключение о соответствии требованиям НД

Вывод.

15. Согласно ОФС, эталонный раствор на хлорид-ион готовят из натрия хлорида (ГФ XI, вып.1, стр.166-167). 0,002 мг хлорид-иона в 1 мл раствора дают при реакции с раствором серебра нитрата в среде азотной кислоты хорошо заметную опалесценцию. Это количество принимается за титр эталонного раствора.

$$T_{\text{эт.р-ра(хлорид-иона)}} = 0,002 \text{ мг/мл} = 0,000002 \text{ г/мл}$$

Титр эталонного раствора хлорид-иона пересчитывают на титр соли натрия хлорида, т.е. необходимо рассчитать количество натрия хлорида, в котором содержится 0,000002 г хлорид-иона.

$$M.m._{\text{NaCl}} = 58,45$$

$$A.m._{\text{Cl}^-} = 35.45$$

Составляем пропорцию:

$$35,45 \text{ г Cl} - 58,45 \text{ г NaCl}$$

$$0,000002 \text{ г/мл Cl} - X \text{ г/мл NaCl (Т NaCl)}$$

$$T_{\text{NaCl}} = 0,000002 * 58,45 / 35,45 = 0,000003295 \text{ г/мл}$$

Или

$$K_{\text{пересчета}} = M_{\text{м. NaCl}} / A_{\text{м. Cl}^-} = 58,45 / 35,45 = 1,6475$$

$$T_{\text{NaCl}} = T_{\text{этр-ра(хлорид-иона)}} * K_{\text{пересчета}} = 0,000002 \text{ г/мл} * 1,6475 = 0,000003295 \text{ г/мл}$$

Рассчитывают навеску натрия хлорида.

$$a_{\text{NaCl}} = T_{\text{NaCl}} * V_{\text{этр-ра}} = 0,000003295 \text{ г/мл} * 200 \text{ мл} = 0,000659 \text{ г}$$

Навеска для приготовления эталонного раствора должна быть не меньше 0,05 г, поэтому ее необходимо увеличить в 100 раз.

$$0,000659 \text{ г} * 100 = 0,0659 \text{ г}$$

Данную навеску отвешивают на аналитических весах, затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 мл, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Получают концентрат (раствор А). Концентрация его в 100 раз больше, чем у нужного эталонного раствора.

Концентрат нужно разбавить в 100 раз. Берут пипеткой 1/100 часть приготовленного раствора (200:100 = 2мл), помещают в мерную колбу вместимостью 200 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Получают эталонный раствор (раствор Б) содержащий 0,002 мг хлорид-иона в 1 мл.

Форма записи разведения концентрата:

0,0659 г	2 мл
200 мл	200 мл
А	Б

Приложение 2

1. Растворяют 1 г вещества в фарфоровой чашке в 15 мл воды, прибавляют 3 мл кислоты азотной и выпаривают на водяной бане досуха. Остаток обрабатывают 25 мл воды и фильтруют. 10 мл фильтрата должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,005%).

Методика (продолжение из ГФ XI).

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

2. Раствор 3 г вещества в 10 мл воды должен быть прозрачным или выдерживать испытания с эталонным раствором I.

Результат наблюдения.

Вывод.

3. Растворяют 0,5 г вещества в 5 мл воды, прибавляют 2 капли раствора фенолфталеина, раствор не должен окрашиваться в розовый цвет.

Результат наблюдения.

Вывод.

4. Растворяют 0,1 г вещества в 1 мл воды, прибавляют 4,5 мл 0,1 М раствора йода до желтого окрашивания раствора. Последний не должен обнаруживать кислой реакции (бумага индикаторная pH 8,2). К тому же раствору прибавляют 2 мл воды и 1 мл раствора бария нитрата. Жидкость должна оставаться прозрачной.

Результат наблюдения.

Вывод.

5. Растворяют 1,0 г вещества в 10 мл воды, прибавляют 1 каплю раствора аммиака и 1 каплю раствора натрия нитропрусида. Не должно появляться фиолетовое окрашивание.

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

6. 100 мл воды доводят до кипения, прибавляют 1 мл 0,01М раствора калия перманганата и 2 мл кислоты серной разведенной, кипятят 10 минут; розовая окраска должна сохраниться.

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

7. При взбалтывании воды с равным объемом известковой воды в наполненном доверху и хорошо закрытом сосуде не должно быть помутнения в течение 1 часа.

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

8. К 5 мл воды осторожно прибавляют 1 мл свежеприготовленного раствора дифениламина; не должно появляться голубого окрашивания.

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

9. К 10 мл воды прибавляют 0,15 мл реактива Несслера, перемешивают и через 5 минут сравнивают с раствором, состоящим из смеси 1 мл эталонного раствора Б, содержащего 0,002 мг иона аммония в 1 мл, 9 мл воды, свободной от аммиака, и такого же количества реактива, которое прибавлено к испытуемому раствору. Окраска, появившаяся в испытуемом растворе, не должна превышать эталон (0,00002% в препарате).

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

10. ФС 42-2619-97 Aqua purificata (Вода очищенная): не должно быть

1 вариант: к 10 мл воды прибавляют 0,5 мл кислоты азотной разведенной, 0,5 мл раствора серебра нитрата, перемешивают и оставляют на 5 минут. Не должно быть опалесценции.

2 вариант: к 10 мл воды очищенной прибавляют 0,5 мл кислоты азотной разведенной; содержимое разделяют на две равные части и к одной из них добавляют 0,5 мл раствора серебра нитрата, перемешивают и через 5 минут сравнивают с другой частью раствора. Не должно быть заметного различия.

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

11. ФС 42-2619-97 Aqua purificata (Вода очищенная): не должно быть

1 вариант: к 10 мл воды прибавляют 0,5 мл кислоты хлористоводородной разведенной и 1 мл раствора бария хлорида, перемешивают и оставляют на 10 минут. Не должно быть помутнения.

2 вариант: к 10 мл воды прибавляют 0,5 мл кислоты хлористоводородной разведенной; содержимое разделяют на две равные части и к одной из них добавляют 0,5 мл раствора бария хлорида, перемешивают и через 10 минут сравнивают с другой частью раствора. Не должно быть заметного различия.

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

12. ФС 42-2619-97 Aqua purificata (Вода очищенная): не должно быть

1 вариант: к 10 мл воды прибавляют 1 мл раствора аммония хлорида, 1 мл раствора аммиака и 1 мл раствора аммония оксалата, перемешивают и оставляют на 10 минут. Не должно быть помутнения.

2 вариант: к 10 мл воды прибавляют 1 мл раствора аммония хлорида, 1 мл раствора аммиака; содержимое разделяют на две равные части и к одной из них добавляют 1 мл раствора оксалата аммония, перемешивают и через 10 минут сравнивают с другой частью раствора. Не должно быть заметного различия.

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

13. ФС 42-2619-97 Aqua purificata (Вода очищенная): не должно быть

1 вариант: к 10 мл воды прибавляют 1 мл кислоты уксусной разведенной, 2 капли раствора натрия сульфида, перемешивают и оставляют на 1 минуту. Наблюдение окраски производят по оси пробирки диаметром около 1,5 см, помещенной на белой поверхности. Не должно быть окрашивания.

2 вариант: к 10 мл воды прибавляют 1 мл кислоты уксусной разведенной; содержимое разделяют на две равные части и к одной из них добавляют 2 капли раствора натрия сульфида, перемешивают и через 1 минуту сравнивают с другой частью раствора. Наблюдение окраски производят по оси пробирки, помещенной на белой поверхности. Не должно быть заметного различия.

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

14. около 0,3 г (точная навеска) препарата помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, растворяют в 10 мл спирта 95%, прибавляют 1 мл 0,2% раствора квасцов железозаммониевых, доводят раствор водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора на фотоэлектроколориметре в максимуме при длине волны 520 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют спирто-водный раствор квасцов железозаммониевых той же концентрации.

Параллельно проводят определение раствора рабочего стандартного образца (РСО) кислоты салициловой.

Приготовление раствора РСО кислоты салициловой: 0,01 г кислоты салициловой помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 70 мл воды, а затем доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 1 мл полученного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 25 мл, прибавляют 10 мл спирта 95%, 1 мл 0,2% раствора квасцов железозаммониевых, доводят объем раствора водой до метки и

перемешивают. Проводят измерение оптической плотности тотчас после приготовления растворов.

Содержание кислоты салициловой свободной в препарате в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = D_1 * C * 1 * 25 * 100 / D_0 * a * 100 * 25 = D_1 * C / D_0 * a$$

Где D_1 – оптическая плотность испытуемого раствора;

D_0 – оптическая плотность раствора РСО кислоты салициловой;

a – навеска препарата, г;

C – навеска РСО кислоты салициловой в граммах.

Содержание кислоты салициловой свободной в препарате должно быть не более 0,05%

Результаты испытания:

Оптическая плотность испытуемого раствора (D_1)	Оптическая плотность раствора РСО кислоты салициловой (D_0)

15. 1,5 г вещества взбалтывают с 30 мл воды в течение 2 минут и фильтруют через двойной бумажный фильтр, предварительно промытый водой, до получения прозрачного фильтрата. 10 мл фильтрата должны выдерживать испытание на хлориды (не более 0,004%)

Методика (продолжение из ГФ XI).

Уравнение реакции.

Результат наблюдения.

Вывод.

Приложение 3

1. Испытуемый препарат и стакан с дистиллированной водой помещают возле рефрактометра в сосуд с водой (температура 20° С) на 30 минут перед определением и в процессе определения пропускают воду температуры 20° С. На призму рефрактометра наносят несколько капель воды и по шкале находят показатель преломления (проверка работы рефрактометра). Вытирают призму досуха фильтровальной бумагой, наносят на нее несколько капель испытуемого раствора и находят показатель преломления, который определяют 3–4 раза, каждый раз с новой порцией препарата. Для расчета берут среднее значение из всех определений.

Результаты анализа:

№	n воды очищенной (n_0)	n раствора глюкозы (n)	Содержание глюкозы (C)
1			$C = (n - n_0) / 0,00142 * 100$
2			
3			
4			
Среднее			

Содержание глюкозы вычисляют по формуле:

$$C = (n - n_0) / 0,00142 * 100$$

где: n – показатель преломления препарата;

n_0 – показатель преломления воды;

0,00142 – величина прироста показателя преломления при увеличении концентрации глюкозы на 1%.

Для всех концентраций глюкозы величина прироста показателя преломления одинакова и равняется 0,00142.

2. Йодатометрический метод.

Методика: около 0,5 г препарата (точная навеска) растворяют в воде в мерной колбе емкостью 50 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. К 10 мл приготовленного раствора прибавляют 0,5 мл 1% раствора йодида калия, 2 мл раствора крахмала и 1 мл 2% раствора

соляной кислоты и титруют 0,1н раствором йодата калия до появления стойкого слабо-синего окрашивания.

1 мл 0,1 н раствора йодата калия соответствует 0,008806 г $C_6H_8O_6$, которой в препарате должно быть не менее 99,0%

Уравнения реакций.

Результаты титрования.

$$M_{\text{м. аск.к-ты}} = 176,1 \text{ г/моль}$$

$$f = 1/2$$

$$M_{\text{м. экв. аск.к-ты}} = M_{\text{м. аск.к-ты}} * f = 176,1 * 1/2 = 88,06 \text{ г/моль*экв}$$

$$T = M_{\text{м. экв. аск.к-ты}} * C / 1000 = 88,06 * 0,1 / 1000 = 0,008806 \text{ г/мл}$$

Рассчитаем предварительный объем, который пойдет на титрование навески аскорбиновой кислоты:

$$g, \% = V * K * T * 100\% * V_{\text{м.к.}} / a * V_{\text{ал}}$$

$$V_{\text{предв}} = g * a * V_{\text{ал}} / K * T * 100\% * V_{\text{м.к.}} = a * V_{\text{ал}} / K * T * V_{\text{м.к.}}$$

$$V_{\text{предв}} = 0,5 * 10 / 1,00 * 0,008806 * 50 = 11,4 \text{ мл}$$

а, г	V 0,1н раствора йодата калия пошедший на титрование, мл	g, %

Расчет погрешности титрования.

$$g_{\text{средн}} = E_{\text{п}} / n$$

Вывод.

3. Около 0,15 г вещества (точная масса) растворяют в 50 мл воды, прибавляют 10 мл аммиачного буферного раствора с рН = 9,5-10,0, 0,1г индикаторной смеси или 7 капель индикатора эриохрома черного Т и титруют при энергичном перемешивании 0,05М раствором трилона Б до синего окрашивания.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,05М раствора трилона Б соответствует 0,01232 г магния сульфата, которого в лекарственном веществе должно быть не менее 99,0% и не более 102,0%.

Уравнение реакции.

М.м. =

Предварительный расчет объема титранта:

М.м. =

f экв =

М.м. экв = М.м. * f экв =

T =

V =

Расчет фактического содержания магния сульфата в % в субстанции магния сульфат проводится по формуле:

X(%) =

Результаты анализа:

№	Масса навески взятая на анализ, г	Объем 0,05М раствора трилона Б попавший на титрование, мл	Содержание магния сульфата в субстанции магния сульфат, %
1			
2			
3			

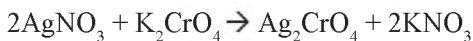
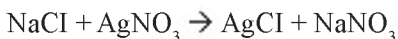
V контрольный =

Расчет погрешности титриметрических методов анализа.

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Вывод.

4. около 0,1 г вещества (точная масса) растворяют в 20 мл воды и титруют 0,1 М раствором нитрата серебра (индикатор – хромат калия) до оранжево-желтого окрашивания:



1мл 0,1 М раствора нитрата серебра соответствует 0,005844 г натрия хлорида, которого в веществе должно быть **не менее 99,5%**.

$$M_{\text{м. NaCl}} =$$

Предварительный расчет объема титранта:

$$1) M_{\text{м. NaCl}} =$$

$$2) f_{\text{экв NaCl}} =$$

$$3) M_{\text{м. экв NaCl}} = M_{\text{м. NaCl}} * f_{\text{экв NaCl}} =$$

$$4) T_{\text{NaCl / AgNO}_3} =$$

$$5) V_{\text{AgNO}_3} = X * a / K * T * 100 =$$

Расчет фактического содержания натрия хлорида в % субстанции натрия хлорида проводится по формуле:

$$X(\%) = V * K * T * 100 / a$$

Результаты анализа:

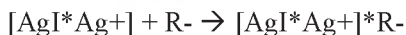
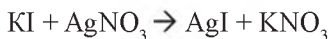
№	Масса навески, взятая на анализ, г	Объем 0,1 М раствора нитрата серебра пошедший на титрование, мл	Фактическое содержание натрия хлорида в субстанции натрия хлорида, %	Заключение о соответствии требованиям НД
1				
2				
3				

Расчет погрешности титриметрических методов анализа.

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Вывод.

5. около 0,3 г вещества (точная масса), предварительно высушенного при 110° С в течение 4 часов, растворяют в 30 мл воды, прибавляют 1,5 мл кислоты уксусной разведенной, 0,3 мл 0,1% раствора эозината натрия и титруют 0,1 М раствором нитрата серебра до перехода окраски от желтой до розовой.



R- - эозинат-ион

1мл 0,1 М раствора нитрата серебра соответствует 0,01660 г калия иодида, которого в веществе должно быть **не менее 99,5%**.

$$\text{М.м.}_{\text{KI}} =$$

Предварительный расчет объема титранта:

$$\text{М.м.}_{\text{KI}} =$$

$$f_{\text{экв KI}} =$$

$$\text{М.м. экв KI} = \text{М.м. KI} \cdot f_{\text{экв KI}} =$$

$$T_{\text{KI} / \text{AgNO}_3} =$$

$$V_{\text{AgNO}_3} = X \cdot a / K \cdot T \cdot 100 =$$

Расчет фактического содержания калия иодида в % субстанции калия иодида проводится по формуле:

$$X(\%) = V \cdot K \cdot T \cdot 100 / a$$

Результаты анализа:

№	Масса навески взятая на анализ, г	Объем 0,1 М раствора нитрата серебра пошед- ший на титрование, мл	Фактическое со- держание калия иодида в суб- станции калия иодида, %	Заклучение о соответствии требованиям НД
1				
2				
3				

Расчет погрешности титриметрических методов анализа.

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Вывод.

6. около 0,5 г вещества (точная масса) растворяют в 30 мл воды и титруют 0,1 н. раствором соляной кислоты (индикатор – метиловый оранжевый) до розовато-оранжевого окрашивания:



1мл 0,1 н. раствора соляной кислоты соответствует 0,01907 г $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, которого в препарате должно быть не менее 99,5% и не более 103,0%.

$$\text{М.м. Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} = 381,37$$

Предварительный расчет объема титранта:

$$\text{М.м. Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} =$$

$$f_{\text{экв Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} =$$

$$\text{М.м. экв Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} = \text{М.м. Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} \cdot f_{\text{экв Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}$$

$$T_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} / \text{HCl}} =$$

$$V_{\text{HCl}} = X \cdot a / K \cdot T \cdot 100 =$$

Расчет фактического содержания натрия тетрабората в % в субстанции натрия тетрабората проводится по формуле:

$$X(\%) = V \cdot K \cdot T \cdot 100 / a$$

Результаты анализа:

№	Масса навески, взятая на анализ, г	Объем 0,1 н. раствора соляной кислоты, пошедший на титрование, мл	Фактическое содержание натрия тетрабората в ЛП, %
1			
2			
3			

Расчет погрешности титриметрических методов анализа.

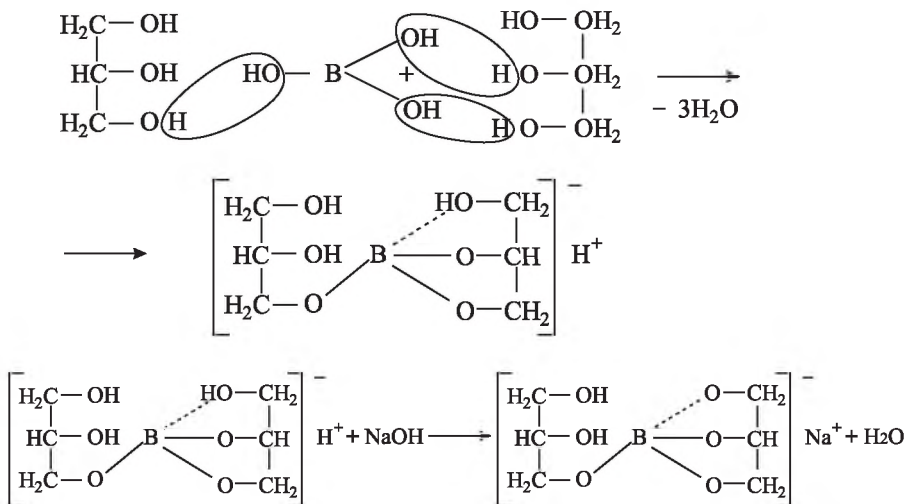
Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Вывод.

7. Около 0,2 г вещества (точная масса) растворяют в 10 мл свежeproкипяченной и охлажденной воды, прибавляют 40 мл глицерина, предварительно нейтрализованного по фенолфталеину. Раствор перемешивают, прибавляют 0,2 мл раствора фенолфталеина и титруют 0,1 М раствором гидроксида натрия до розового окрашивания. Затем к титруемому раствору прибавляют еще 10 мл нейтрализованного глицерина, и, если розовая окраска при этом исчезает, снова титруют до появления розовой окраски раствора. Добавление глицерина и титрование гидроксидом натрия продолжают до тех пор, пока от последних 10 мл нейтрализованного глицерина розовая окраска раствора не перестанет исчезать.

С глицерином борная кислота образует одноосновную комплексную глицериноборную кислоту, проявляющую более выраженную кислотную реакцию.

1 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия соответствует 0,006183 г кислоты борной, которой в веществе должно быть **не менее 99,5%**



М.м. H_3BO_3 =

Предварительный расчет объема титранта:

1) М.м. H_3BO_3 =

2) $f_{\text{экв}} \text{H}_3\text{BO}_3$ =

3) М.м. экв H_3BO_3 = М.м. $\text{H}_3\text{BO}_3 \cdot f_{\text{экв}} \text{H}_3\text{BO}_3$ =

4) $T = 0,006183 \text{ г/мл}$

5) V =

Расчет фактического содержания борной кислоты в % в субстанции борной кислоты проводится по формуле:

$g, \% =$

Результаты анализа:

№	Масса навески, взятая на анализ, г	Объем 0,1 моль/л раствора натрия гидроксида, пошедшего на титрование, мл	Фактическое содержание борной кислоты в субстанции борной кислоты, %
1			
2			
3			

Расчет погрешности титриметрических методов анализа.

$g_{\text{ср}}, \% =$

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Вывод.

8. около 0,5 г вещества (точная масса) растворяют в 10 мл нейтрализованного по фенолфталеину (0,1 мл) и охлажденного до 8–10° С спирта 95%. Раствор титруют с тем же индикатором 0,1М раствором гидроксида натрия до розового окрашивания.

1 мл 0,1М раствора гидроксида натрия соответствует 0,01802 г кислоты ацетилсалициловой, которой должно быть не менее 99,5% в пересчете на сухое вещество.

Уравнение реакции.

Результаты титрования.

М.м. кислоты ацетилсалициловой = 180,2 г/моль

$$f = 1$$

М.м. экв. кислоты ацетилсалициловой = М.м. кислоты ацетилсалициловой * $f = 180,2 * 1 = 180,2$ г/моль * экв

$$T = \text{М.м. экв. кислоты ацетилсалициловой} * C / 1000 = 180,2 * 0,1 / 1000 = 0,01802 \text{ г/мл}$$

Рассчитаем предварительный объем титранта, который пойдет на титрование точной навески кислоты ацетилсалициловой:

$$g, \% = V * K * T * 100\% / a$$

$$V_{\text{предв}} = g * a / K * T * 100\%$$

$$V_{\text{предв}} = 100 * 0,5 / 1,00 * 0,01802 * 100\% = 27,7 \text{ мл}$$

Титрование проводят с использованием бюретки.

а, г	V 0,1М раствора натрия гидроксида, пошедший на титрование, мл	g, %

Расчет погрешности титрования:

$$g_{\text{средн}} = E_{\text{п}} / n$$

Вывод.

9. к 1 мл раствора прибавляют 1 каплю раствора калия хромата и титруют 0,1н раствором серебра нитрата до оранжево-желтого окрашивания. 1 мл 0,1н раствора серебра нитрата соответствует 0,005844 г натрия хлорида.

Уравнение реакции.

Результаты титрования.

М.м. натрия хлорида = 58,44 г/моль

$$f = 1$$

М.м. экв. натрия хлорида = М.м. натрия хлорида * $f = 58,44 * 1 = 58,44$ г/моль * экв

$$T = \text{М.м. экв. натрия хлорида} \cdot C / 1000 = 58,44 \cdot 0,1 / 1000 = 0,005844 \text{ г/мл}$$

Рассчитаем предварительный объем, который пойдет на титрование 1 мл раствора натрия хлорида:

$$g = V \cdot K \cdot T \cdot P / a$$

$$V_{\text{предв}} = g \cdot a / K \cdot T \cdot P$$

$$g = 0,9 \cdot 200 / 100 = 1,8 \text{ г}$$

$$V_{\text{предв}} = 1,8 \cdot 1 / 1,00 \cdot 0,005844 \cdot 200 = 1,54 \text{ мл}$$

Титрование проводят с использованием микробюретки.

а, мл	V 0,1n раствора серебра нитрата пошедший на титрование, мл	g	
		%	г
1,0			
1,0			
1,0			

Расчет погрешности титрования.

$$g_{\text{средн}} = E_{\text{п}} / n$$

Оценка по приказу № 305: 1,8+/-

Вывод.

10.Методика: Испытуемый препарат и стакан с дистиллированной водой помещают возле рефрактометра в сосуд с водой (температура 20° С) на 30 минут перед определением и в процессе определения пропускают воду температуры 20° С. На призму рефрактометра наносят несколько капель воды и по шкале находят показатель преломления (проверка работы рефрактометра). Вытирают призму досуха фильтровальной бумагой, наносят на нее несколько капель испытуемого раствора и находят показатель преломления, который определяют 3–4 раза, каждый раз с новой порцией препарата. Для расчета берут среднее значение из всех определений.

Результаты анализа:

№	n воды очищенной (n_0)	n раствора глюкозы (n)	Содержание глюкозы (С)
1			$C = (n - n_0) / 0,00142 * 100$
2			
3			
4			
Среднее			

Содержание глюкозы вычисляют по формуле:

$$C = (n - n_0) / 0,00142 * 100$$

где: n – показатель преломления препарата;

n_0 – показатель преломления воды;

0,00142 – величина прироста показателя преломления при увеличении концентрации глюкозы на 1%.

Для всех концентраций глюкозы величина прироста показателя преломления одинакова и равняется 0,00142.

11. Йодатометрический метод.

Методика: около 0,5 г препарата (точная навеска) растворяют в воде в мерной колбе емкостью 50 мл, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. К 10 мл приготовленного раствора прибавляют 0,5 мл 1% раствора йодида калия, 2 мл раствора крахмала и 1 мл 2% раствора соляной кислоты и титруют 0,1 н раствором йодата калия до появления стойкого слабо-синего окрашивания.

1 мл 0,1 н раствора йодата калия соответствует 0,008806 г $C_6H_8O_6$, которой в препарате должно быть не менее 99,0%

Уравнения реакций.

Результаты титрования.

$$M.m. \text{ аск.к-ты} = 176,1 \text{ г/моль}$$

$$f = \frac{1}{2}$$

$$M.m. \text{ экв. аск.к-ты} = M.m. \text{ аск.к-ты} * f = 176,1 * \frac{1}{2} = 88,06 \text{ г/моль} * \text{экв}$$

$$T = M.m. \text{ экв. аск.к-ты} * C / 1000 = 88,06 * 0,1 / 1000 = 0,008806 \text{ г/мл}$$

Рассчитаем предварительный объем, который пойдет на титрование навески аскорбиновой кислоты:

$$g, \% = V \cdot K \cdot T \cdot 100\% \cdot V_{\text{м.к.}} / a \cdot V_{\text{ал}}$$

$$V_{\text{предв}} = g \cdot a \cdot V_{\text{ал}} / K \cdot T \cdot 100\% \cdot V_{\text{м.к.}} = a \cdot V_{\text{ал}} / K \cdot T \cdot V_{\text{м.к.}}$$

$$V_{\text{предв}} = 0,5 \cdot 10 / 1,00 \cdot 0,008806 \cdot 50 = 11,4 \text{ мл}$$

а, г	V 0,1н раствора йодата калия пошедший на титрование, мл	g, %

Расчет погрешности титрования.

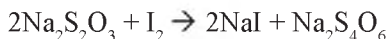
$$g_{\text{средн}} = E_n / n$$

Вывод.

12. около 0,1 г препарата (точная масса) помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 10 мл воды и доводят объем водой до метки, Переносят 10 мл этого раствора в склянку для бромирования вместимостью 250 мл, прибавляют 20 мл 0,1 н. раствора бромата калия, 5 мл раствора бромида калия, 5 мл 50% раствора серной кислоты, перемешивают и оставляют на 15 мин. Затем к смеси прибавляют 10 мл раствора иодида калия, смесь сильно взбалтывают и оставляют на 10 мин в темном месте. После этого добавляют 2–3 мл хлороформа и титруют выделившийся иод 0,1 н. раствором тиосульфата натрия. Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,1 н. раствора бромата калия соответствует 0,001835 г резорцина, которого в препарате должно быть не менее 99,0%.

13. около 0,5 г вещества (точная масса) растворяют в 25 мл воды и титруют 0,1М раствором йода (индикатор - крахмал) до синего окрашивания:



1мл 0,1 М раствора йода соответствует 0,02482 г натрия тиосульфата, которого должно быть не менее 99,0% и не более 102,0%.

$$\text{М.м. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 =$$

Предварительный расчет объема титранта:

$$\text{М.м. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 =$$

$$f_{\text{экв Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} =$$

$$\text{М.м. экв Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \text{М.м. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 * f_{\text{экв Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} =$$

$$T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 / \text{I}_2} =$$

$$V_{\text{I}_2} = X * a / K * T * 100 =$$

Расчет фактического содержания натрия тиосульфата в % в субстанции натрия тиосульфат проводится по формуле соответственно:

$$X(\%) = V_{\text{I}_2} * K_{\text{I}_2} * T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 / \text{I}_2} * 100 / a$$

Результаты анализа:

№	Масса навески, взятая на анализ, г	Объем I ₂ пошедший на титрование, мл	Фактическое содержание натрия тиосульфата в ЛП, %
1			
2			
3			

Расчет погрешности титриметрических методов анализа.

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Согласно требованиям ГФ содержание натрия тиосульфата в субстанции натрия тиосульфат должно быть *не менее 99,0% и не более 102,0%*.

Вывод.

14. Состав:

Водорода пероксида от 2,7 до 3,3 г в зависимости от фактического содержания H₂O₂ исходном препарате

Натрия бензоата 0,05 г

Воды очищенной до 100 мл

Натрия бензоат. Ацидиметрический метод. Основан на свойстве сильной кислоты вытеснять более слабую из ее соли.



Методика. 10 мл лекарственного препарата помещают в колбу для титрования, прибавляют 5 мл эфира, 2 капли раствора метилового оранжевого, 1 каплю раствора метиленового синего и титруют раствором кислоты хлористоводородной (0,02 моль/л) до фиолетового окрашивания водного слоя.

М.м. натрия бензоата = 144,11

Предварительный расчет объема титранта:

1) М.м. натрия бензоата = 144,11

2) f экв натрия бензоата = 1

3) М.м. экв натрия бензоата = М.м. натрия бензоата * f экв натрия бензоата = $144,11 \cdot 1 = 144,11$

4) T натрия бензоата/HCl = $144,11 \cdot 0,02 / 1000 = 0,002882$ г/мл

5) Содержание натрия бензоата в граммах в 10 мл лекарственного препарата:

0,05 г натрия бензоата – в 100 мл

y – в 10 мл

$$y = 0,05 \cdot 10 / 100 = 0,005 \text{ г}$$

6) $V \text{ HCl} = 0,005 / 0,002882 = 1,73$ мл

Расчет фактического содержания натрия бензоата в % и г проводится по формуле соответственно:

$$X(\%) = V \text{ HCl} \cdot K \text{ HCl} \cdot T \text{ натрия бензоата/HCl} \cdot 100 / a$$

$$X(\text{г}) = V \text{ HCl} \cdot K \text{ HCl} \cdot T \text{ натрия бензоата/HCl} / a$$

Результаты анализа:

№	Объем лекарственно-го препарата, взятый на анализ, мл	Объем НСІ 0.02 моль/л, пошедший на титрование, мл	Фактическое содержание натрия бензоата в ЛП	
			%	г
1				
2				
3				

Расчет погрешности титриметрических методов анализа.

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Согласно требованиям ФС содержание натрия бензоата в лекарственном препарате должно быть 0,0424 – 0,0575%

Вывод.

15. Состав:

Водорода пероксида от 2,7 до 3,3 г в зависимости от фактического содержания H_2O_2 исходном препарате

Натрия бензоата 0,05 г

Воды очищенной до 100 мл

Методика: 1мл препарата помещают в колбу для титрования, прибавляют 5 мл кислоты серной разведенной и титруют раствором калия перманганата (0,1 моль/л) УЧ (1/5 $KMnO_4$) до слабо-розового окрашивания.

М.м. водорода пероксида = 34,01

Уравнение реакции:

Предварительный расчет объема титранта:

1) М.м. водорода пероксида = 34,01

2) f экв водорода пероксида = $\frac{1}{2}$

3) М.м. экв водорода пероксида = М.м. водорода пероксида * f экв водорода пероксида = $34,01 * \frac{1}{2} = 17,005$

4) Т водорода пероксида/ $KMnO_4$ = $17,005 * 0,1/1000 = 0,001701$ г/мл

5) Содержание H_2O_2 в граммах в 1 мл 3% раствора:

3 г H_2O_2 – в 100 мл

y – в 1 мл

$$y = 3 \cdot 1 / 100 = 0.03 \text{ г}$$

$$6) V KMnO_4 = 0.03 / 0.001701 = 17.64 \text{ мл}$$

Расчет фактического содержания H_2O_2 в % и г проводится по формуле соответственно:

$$X(\%) = V KMnO_4 \cdot K KMnO_4 \cdot T H_2O_2 / KMnO_4 \cdot 100 / a$$

$$X(g) = V KMnO_4 \cdot K KMnO_4 \cdot T H_2O_2 / KMnO_4 / a$$

Результаты анализа:

№	Объем лекарственного препарата, взятый на анализ, мл	Объем $KMnO_4$ пошедший на титрование, мл	Фактическое содержание H_2O_2 в ЛП	
			%	г
1				
2				
3				

Расчет погрешности титриметрических методов анализа.

Погрешность титриметрических методов анализа не должна превышать 0,5%

Согласно требованиям ФС содержание водорода пероксида в лекарственном препарате должно быть 2,7–3,3%

Вывод.

Список литературы

1. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. В 2 ч.: Ч.1. Общая фармацевтическая химия; Ч.2. Специальная фармацевтическая химия: Учеб. для вузов. – Пятигорск, 2003. – 720 с.
2. Фармацевтическая химия: учеб. пособие/под ред. А.П. Арзамасцева. – 3-е изд., испр. – М.: ГЭОТАР – Медиа, 2006. – 640 с.
3. Лабораторные работы по фармацевтической химии: Учебное пособие/Беликов В.Г., Вергейчик Е.Н., Компанцева Е.В., Куль И.Я., Лукьянчикова Г.И., Саушкина А.С., Тираспольская С.Г./под ред. Е.Н. Вергейчика, Е.В. Компанцевой. – 2-е изд., перераб. и доп. – Пятигорск, 2003. – с. 342.
4. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: Учеб. пособие/Аксенова Э.Н., Андрианова О.П., Арзамасцев А.П. и др./Под ред. А.П. Арзамасцева. – 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Медицина, 2001. – 384 с.
5. Саушкина А.С. Сборник задач по фармацевтической химии: Учебное пособие по фармацевтической химии для студентов фармацевтических вузов и фармацевтических факультетов медицинских вузов / Под ред. В.Г. Беликова. – Пятигорск: Изд-во ПятГФА, 2003. – 274 с.
6. Государственная фармакопея РФ XII/“Издательство “Научный центр экспертизы средств медицинского применения”, 2008. – 704 с.
7. Государственная фармакопея XI, в.1. – М.: Медицина, 1987.
8. Государственная фармакопея XI, в.2. – М.: Медицина, 1990.
9. Государственная фармакопея X. – М.: Медицина, 1968.
10. Общие фармакопейные методы анализа (избранные главы): Учеб. пособие/ Чекрышкина Л.А., Киселева А.А., Березина Е.С., Чиркова З.Г./ Под ред. Л.А. Чекрышкиной. – 2-е издание, дополненное – Пермь: Издательство ПГФА, 2008. – 65 с.
11. Практическое руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии для студентов III курса / Ярыгина Т.И., Визгунова О.Л., Дубовик В.А. и др. / Под ред. Л.М. Коркодиновой – Пермь: Издательство ПГФА, 2008. – 100 с.

Методические рекомендации к итоговому занятию по практическим
умениям и навыкам по фармацевтической химии
Учебно-методическое пособие

Рекомендовано к изданию ЦМС в 2010 г.

Редактор В.В. Кривонищенко

Подписано в печать 09.07.10. Формат 60х84/16
Бумага писчая. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 2,86 Уч.-издат. л 2,6
Тираж 100 экз. Заказ № 446

Отпечатано в ООО «Типография Для Вас»
620026, Екатеринбург, ул. С. Морозовой, 180, оф. 328
тел. 8(343) 297-42-13

